

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORLED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(a)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-270605

⑪ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)11月25日

C 08 F 20/06

MBC

7224-4J

C 09 C 2/16

PAD

7102-4J

※審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑭ 発明の名称 アクリル酸又はメタクリル酸の重合物の製法

⑮ 特 願 昭62-22620

⑯ 出 願 昭62(1987)2月4日

優先権主張 ⑰ 1986年2月5日 ⑱ 西ドイツ(DE) ⑲ P3603392.8

⑳ 発 明 者 ワルター・デンツィン ドイツ連邦共和国6720シユベイヤ・ヴオルムゼル・ラン  
ガー ドシユトラーセ65

㉑ 発 明 者 ハイフリツヒ・ハルト ドイツ連邦共和国6703リムブルゲルホーフ・ワインハイマ  
マン ー・シユトラーセ46

㉒ 発 明 者 ギュンター・ヒルシュ ドイツ連邦共和国6704ムツターシユタット・オストプロイ  
センシユトラーセ9

㉓ 出 願 人 バスフ・アクチエンゲ ドイツ連邦共和国6700ルードウィツヒスハーフェン・カー  
ゼルシヤフト ル・ボツシユ・ストラーセ 38

㉔ 代 理 人 弁理士 小林 正雄  
最終頁に続く

明 細 書

発明の名称

アクリル酸又はメタクリル酸の重合物の  
製法

特許請求の範囲

1. アクリル酸及び／又はメタクリル酸及び所望により10重量%以下の他の共重合可能なエチレン性不飽和化合物を、使用単量体に対し0.01～5重量%の量が1ないし4の酸化数を有する無機塩酸、その水溶性塩、水溶性の基-PO(OH)<sub>2</sub>を有する化合物及び／又はその水溶性塩の存在下に、C<sub>2</sub>～C<sub>6</sub>-アルコール又はこれと水との混合物(アルコールを少なくとも40重量%含有する)の中で、40～180℃の温度でラジカル重合開始剤の存在下に重合させることを特徴とする、アクリル酸又はメタクリル酸の重合体の製法。
2. 重合に用いられるアルコールが二級C<sub>2</sub>～C<sub>6</sub>-アルコール又はその混合物であることを特徴

とする、特許請求の範囲第1項に記載の方法。

3. 重合が、イソプロパノール及び／又は二級ブタノールあるいは水とこれらアルコールとの混合物(イソプロパノール及び／又は二級ブタノールの含量は40重量%以下)の中で、亜硫酸及び／又は水溶性の基-PO(OH)<sub>2</sub>含有化合物の存在下に、90～130℃の温度及び大気圧以上の圧力で行われることを特徴とする、特許請求の範囲第1項に記載の方法。
4. 用いられる水溶性の基-PO(OH)<sub>2</sub>含有化合物が、アミドトリスメチレントリホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレントetraホスホン酸、エチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸及び／又は1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸であることを特徴とする、特許請求の範囲第1項に記載の方法。
5. アクリル酸を、イソプロパノール又はこれと水との混合物(イソプロパノールの含量は40重量%以上)の中で、アクリル酸に対し0.1～1重量%の亜硫酸又はそのアルカリ金属塩もし

くはアンモニウム塩の存在下に重合させることを特徴とする。特許請求の範囲第1項に記載の方法。

#### 発明の詳細な説明

本発明はアクリル酸又はメタクリル酸の重合体の製法に関する。

欧州特許2771号明細書には、アクリル酸又はメタクリル酸を、所望により10重量%までの他のエチレン性不飽和の共重合可能な化合物と共に、イソプロパノール又はこれと水との混合物（イソプロパノールの含量は40重量%以上）の中で、ラジカル重合開始剤の存在下に、大気圧以上の圧力及び120～200℃の温度で重合させることによる、アクリル酸又はメタクリル酸の重合体の製法が記載されている。この方法によれば再生産可能な様式でも工業的規模でも、紙塗被料を製造するための無機顔料の分散剤として用いられる低分子量の重合体を得られる。こうして得られる低分子量の重合体は、

重合は好ましくはイソプロパノール及び／又は二級ブタノール、あるいは少なくとも40重量%のイソプロパノール及び／又は二級ブタノールを含有する水との混合物の中で、亜硫酸及び／又は水溶性の基- $\text{PO}(\text{OH})_2$ を含有する化合物の存在下で、9～130℃で加圧下に行われる。こうして得られる重合体は、無機顔料のための粉砕助剤又は分散剤として、特に炭酸カルシウムのための粉砕助剤として、紙塗被機に利用される高濃度顔料混合物の製造に用いられる。

本発明の方法によれば、アクリル酸又はメタクリル酸を基礎とする粉砕助剤及び分散剤が製造される。そのためにアクリル酸、メタクリル酸又はアクリル酸とメタクリル酸の混合物を重合させる。アクリル酸とメタクリル酸の混合物は、任意の比率で共重合させることができる。アクリル酸及び／又はメタクリル酸の重合は、これと共重合しうる他のエチレン性不飽和化合物の存在下に行うこともできる。このためには水溶性重合体を与えるモノマーが主として用

無機顔料に対し強い分散作用を有するが、その粉砕助剤としての作用は不満足である。

本発明の課題は、無機顔料の分散剤であると共に、無機顔料特に炭酸カルシウムの粉砕助剤として有用であり、さらに低塗被材料のための高濃度顔料スラリーの製造に適する重合体の製法を開発することであつた。

本発明者らは、アクリル酸及び／又はメタクリル酸及び所望により10重量%以下の他の共重合可能なエチレン性不飽和化合物を、使用単量体に対し0.01～5重量%の量が1～4の酸化数を有する無機燐酸、その水溶性塩、水溶性の基- $\text{PO}(\text{OH})_2$ を有する化合物及び／又はその水溶性塩の存在下に重合させるとき、前記単量体を $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ -アルコール又はこれと水との混合物（アルコールを少なくとも40重量%含有する）の中で、40～180℃の温度でラジカル重合開始剤の存在下に重合させることにより、希望するアクリル酸又はメタクリル酸の重合体があり得ることを見出した。

いられる。

アクリル酸又はメタクリル酸と共重合しうる適当なモノマーの例は次のものである。1～8個の炭素原子を有する1価アルコールから導かれるアクリル酸又はメタクリル酸のエステル、ジカルボン酸例えばフマル酸、マレイン酸又はイタコン酸、前記ジカルボン酸と1価 $\text{C}_1 \sim \text{C}_8$ -アルコールからの<sup>エステル</sup>エステル又はジエステル、アクリルニトリル、メタクリルニトリル、アクリルアミド及びメタクリルアミド。他の適当なモノマーの例は酢酸ビニル、ビニルプロピオネート、ビニルブチレート、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、ビニルスルホン酸、アリルスルホン酸及びビニルホスホン酸である。

モノマーは10重量%以下の量で重合含有される。しかしモノマーを使用する場合は、常に水溶性重合体を得られるように留意すべきである。前記条件下でアクリル酸の単独重合体、ならびにアクリル酸と10重量%以下のビニル

ホスホン酸（好ましくは2～5重量%）からの共重合体を製造することが特に好ましい。

重合はC<sub>2</sub>～C<sub>8</sub>-アルコール又は前記アルコールと水の混合物の中で行われ、その際この混合物は少なくとも40重量%のアルコールを含有する。適当なアルコールの例は、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、三級ブタノール、ペンタノール、イソペンタノール、ネオペンチルアルコール、n-ヘキサノール、二級ヘキサノール及びシクロヘキサノールである。重合体製造のための溶剤として特に重要なものは二級アルコールで、その中でもイソプロパノール及び二級ブタノールが特に好ましく用いられる。アルコールは単独でも混合物の形で用いられ、その場合任意の混合比が可能である。前記アルコールと水の混合物の中で重合を行うことが工業的に特に重要であり、この混合物は少なくとも40重量%好ましくは60～80重量%の前記アルコール又はその混合物を含有する。

ためには、既知のレッドックス開始剤及びUV-開始剤も適する。紫外線の作用下の重合のためには、このため普通の光開始剤又は増感剤が用いられる。その例はα-ケトアルドニルアルコール例えばベンゾイン及びベンゾインエーテル、α-置換ベンゾイン化合物例えばα-メチロールベンゾイン及びα-メチロールベンゾインエーテル、α-メチルベンゾイン又はα-フェニルベンゾインである。いわゆる三重線増感剤も用いられる。UV-開始剤としてはベンジル<sup>Δ</sup>ケタールが好ましい。紫外線照射源としては、例えば高エネルギー紫外線発生灯、例えば炭素弧光灯、水銀蒸気灯、キセノン灯又は蛍光管、さらに低いUV光源例えば高い青色部を有する蛍光管が用いられる。

粉砕助剤及び分散助剤を工業的に製造する場合は、重合開始剤として好ましくは過酸化水素が用いられる。開始剤は一般に単量体に対し0.1～5重量%好ましくは0.5～4重量%の量で用いられる。

重合はラジカル開始剤の存在下に行われる。それは普通に用いられる過硫酸塩、過酸化物、ヒドロ過酸化物及びアゾ化合物でる。この開始剤の個々の例は次のものである。過硫酸ナトリウム、一カリウム及び一アンモニウム、三級ブチルパービバレート、三級ブチルパー2-エチルヘキサノエート、三級ブチルパーネオデカノエート、ベンゾイルパーオキシド、ジ三級ブチルパーオキシド、三級ブチルヒドロパーオキシド、2-エチルヘキシルパーカーボネート、過酸化水素、2,2-アゾビスイソブチロニトリル、2,2-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル)、2,2-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)、ジメチル-2,2-アゾビスイソブチレート、2,2-アゾビス(2,4,4-トリメチルペンタン)、2,2-アゾビス(N,N-ジメチレンイソブチルアミド)二塩酸塩、2,2-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩及び4,4'-アゾビス(4-シアノペンタンカルボン酸)。そのほか重合体を製造する

本発明によれば重合は、塩が1～4の酸化数を有する無機磷酸、その水溶性塩、水溶性の-PO(OH)<sub>2</sub>基含有化合物及び/又はその水溶性塩の存在下で行われる。水溶性の無機磷酸化合物としては、例えば次亜磷酸ならびにそのナトリウム塩及びカリウム塩、次亜二磷酸、次亜<sup>Δ</sup>磷酸ナトリウム、亜磷酸、さらに亜磷酸一ナトリウム、亜磷酸二ナトリウム、二亜磷酸、二亜磷酸ナトリウム等が用いられる。これらのうち特に亜磷酸又はそのナトリウム塩、カリウム塩もしくはアンモニウム塩が好ましい。

水溶性の-PO(OH)<sub>2</sub>基含有化合物は有機ホスホン酸とも呼ばれ、その例は次のものである。メタンジホスホン酸、プロパン-1,2,3-トリホスホン酸、ブタン-1,2,3,4-テトラホスホン酸、ポリビニルホスホン酸、1-アミノエタン-1,1-ジホスホン酸、1-アミノ-1-フェニル-1,1-ジホスホン酸、アミノトリスメチレントリホスホン酸、メチルアミノ-又はエチルアミノ-ビスメチレン-ジホスホン酸、エ

ナレンジアミノテトラメチレンーテトラホスホン酸、エチレントリアミノペンタメチレンーペンタホスホン酸、1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸、ホスホノ酢酸、ホスホノプロピオン酸及びその塩。1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸ならびにそのジナトリウム塩及びテトラナトリウム塩、アミノトリスメチレンートリホスホン酸ならびにそのペンタナトリウム塩、及びエチレンジアミノテトラメチレンーテトラホスホン酸ならびにその塩が優れている。数種の燐化合物の組合せ、例えば亜燐酸ナトリウムと亜燐酸、亜燐酸と1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸ジナトリウム、あるいはアミノトリメチレンートリホスホン酸と1-ヒドロキシエタン-1,1-ジホスホン酸の各組合せも有利である。これらは任意の比率の混合物として重合に用いられる。

その使用量は使用する単量体に対し0.01～5重量%、特に好ましくは0.1～1重量%である。

をあらかじめ装入し（好ましくは窒素雰囲気中で）、これに紫外線を照射して重合を行うこともできる。紫外線作用下の重合の場合は、重合温度は40～90℃である。アクリル酸又はメタクリル酸の重合の場合は、使用するアルコールの一部を先に用意して重合温度に加熱し、そしてアクリル酸又はメタクリル酸、開始剤及び他の溶剤を供給する。使用する燐化合物は、好ましくは先に装入するか、あるいは連続的に又は非連続的に重合反応器に供給する。

重合は普通は次のように実施される。まずアクリル酸の一部、水とイソプロパノール又は二級ブタノールの混合物及び重合開始剤を用意し、混合物を加圧下に90～130℃の温度に加熱して重合を開始させる。次いで連続的又は回分的に溶剤、アクリル酸及び重合開始剤及び所望により使用する燐化合物（これがまだ重合反応器に装入されていない場合）を添加する。重合時の圧力は選ばれる反応温度に依存する。圧力は約2～20バール好ましくは2～5バールで

単独重合体の水溶液の製造においては、一般に水及び少量の単量体（重合される全量の単量体の2～5%）を反応器に装入し、窒素を用いて洗浄したのち、反応器内容物を希望の重合温度に加熱する。次いで残量の単量体を開始剤と一緒に、水及び／又はアルコールに溶解して、1～10時間好ましくは2～8時間かけて反応器に添加する。燐化合物は好ましくは反応器に先に装入するが、単量体水溶液に添加してもよく、あるいは別個に反応器に供給してもよい。場合によつては燐化合物の約10%を反応器に先に装入し、そして残部を単量体と共に連続的に添加することも有利である。

重合温度は40～180℃である。使用するアルコールの沸点より高い重合温度を選ぶときは、重合は加圧下に行われる。重合を加圧下に90～130℃で行うときは、特に有利な性質を有する重合体が得られる。重合は非連続的にも連続的にも行うことができる。しかし重合させる単量体、溶剤、開始剤及び前記の燐化合物

があるが、場合によつてはそれより下でも上でもよい。

単量体混合物の全量を重合反応器に供給したのち、反応混合物を90～130℃の温度に2～3時間加熱し、次いで反応器内の圧力を低下させ、同時に水とイソプロパノール又は二級ブタノールからの混合<sup>物</sup>を留去する。イソプロパノール又は二級ブタノール及び水は、常圧で又は好ましくは真空中で反応混合物から除去される。イソプロパノール又は二級ブタノールが反応混合物中に全く又はわずかしき存在しなくなつたとき、蒸留を停止する。反応の終了後に徐々に放圧して大気圧にすることが好ましく、その際イソプロパノール-水混合物又は二級ブタノール-水混合物の大部分は既に留去される。続いて反応器内の圧力を、攪拌しながら二級アルコールの主量が水と共に留去されるまで、徐々に低下させる。次いで残留物に水を、続いて苛性ソーダ水溶液を添加すると、ナトリウムポリアクリレート又はナトリウムポリメタクリレート

の水溶液が得られる。苛性ソーダ液の代わりに苛性カリ液又はアンモニア又はアミンを使用してもよい。ポリアクリレート溶液のpHは普通は8.0～9.0にされる。

溶剤中の単量体の濃度は、重合体溶液中の重合体含量が5～70重量%好ましくは10～60重量%となるように選ばれる。低い重合温度では好ましくは低濃度の重合体溶液が製造されるが、高い重合温度では高濃度の重合体溶液が得られる。本発明の方法により製造される重合体は、15～50好ましくは18～40のフィケンチャー法によるK値を有する(1%水溶液中ナトリウム塩として8.5のpH価で25℃で測定)。

本発明の方法により製造される共重合体は、紙塗被料を製造するための顔料の粉砕助剤及び分散剤として用いられる。このためには高濃度の水性顔料濃厚物が必要である。重合体の使用量は、顔料に対し0.05～1.5重量%好ましくは0.3～0.7重量%である。紙塗被料を製造す

中で行われる。白亜は例えば90%まで2 $\mu$ m以下の粒径に粉砕される。粘土の粒径は85%までが2 $\mu$ m以下である。紙塗被料の製造に用いられる分散剤を、粉砕工程で粉砕助剤として使用することもできる。粉砕助剤は紙塗被料を製造するため、分散剤と同量で用いられる。白亜の粉砕及び/又は分散のためには、好ましくは前記重合体の0.3～0.7重量%が必要である。白亜の水性泥状物を製造する場合に、少量の本発明により製造された重合体は、既知の前記燐化合物の不在で製造された市販のこの目的に用いられる生成物よりも、格段に優れた分散性を示す。高濃度の水性顔料泥状物とは、顔料の含量が少なくとも65重量%のものを意味する。

下記実施例中の部は重量部であり、%は物質の重量に関する。K値はツエルローゼ・ヘミー13巻48～64頁及び71～74頁(1932年)に記載のフィケンチャー法により、1%水溶液中で25℃及びpH 8.5で測定された。その場合  $K = k \cdot 10^3$  である。

るための顔料としては、主として白亜、一次又は二次鉱床からの粘土、サテン白、二酸化チタン、カオリン及びドロマイトが用いられる。この顔料から、顔料の種類及び粒子を大きさによつて一部は90重量%までの固形物含量を有しうる高濃度の紙塗被用水性泥状物が製造される。粘土泥状物の固形物含量は65～70重量%であり、白亜の場合の水性泥状物の固形物含量は75～85重量%であるが、顔料が幅広い粒径分布を有するものであるときは90重量%になることもある。天然鉱床からの普通の塗料用顔料、例えばカオリナイト、炭酸カルシウム、タルク及びギブスも、化学的に製造された白色顔料も、紙塗被料のため必要な微粒度を得るため、多くは粉砕して分散されねばならない。これは特に炭酸カルシウムの場合にそうである。

水性の顔料泥状物は、好ましくは本発明の方法により製造された重合体を、顔料のための粉砕助剤として粉砕時に添加することにより製造される。この粉砕工程は公知のように水性媒質

水性顔料泥状物の粘度は、ブルックフィールド粘度計を用いて20℃及び100 rpmでスピンドルNを使用して測定された。

#### 実施例1

攪拌器、加熱用外套ならびに秤量供給及び蒸留の装置を備えた内容6ℓの耐圧容器に、65%イソプロパノール水溶液1048g、30%過酸化水素溶液59g及び50%亜硫酸水溶液19gを装入し、望薬を用いてよく洗浄したのち、耐圧容器を閉鎖して118℃に加熱する。圧力は3.2バーになる。容器の内容物が118℃の温度に達したならば、アクリル酸1895g及び水とイソプロパノールの混合物(イソプロパノールの含量65%)908gの溶液を3時間かけて添加し、これと別個に30%過酸化水素溶液100gを4時間かけて添加する。過酸化水素溶液の添加終了後、反応混合物の温度を118℃に2時間保持する。100℃に冷却したのち、放圧してイソプロパノール-水混合物を留去する。次いでイソプロパノールを完

全に留去するため、反応混合物に水蒸気を導入する。全部のイソプロパノールを留去したのち、反応混合物を60℃に冷却し、50%苛性ソーダ水溶液を添加してpHを8.5にする。こうして固形物含量が45%のナトリウムポリアクリレートの水溶液が得られる。重合体のK値は26.6である。

#### 実施例2

実施例1と同様に操作し、ただし50%亜硝酸水溶液を19gの代わりに11.4g使用し、そしてアクリル酸を5時間かけて、30%過酸化水素水溶液を7時間かけて添加する。こうして45%ナトリウムポリアクリレート水溶液が得られ、この重合体は24.4のK値を有する。

#### 実施例3

攪拌器、温度計及び還流冷却器を備えた石英ガラス製の内容2ℓのガラス製フラスコ内で、イソプロパノール750g、アクリル酸190g、50%硝酸水溶液19g及びベンジルジケタール19gを、エネルギーに富む紫外線含有

光を放射するランプ（水銀蒸気灯）を用いて照射する。約15分の照射時間のうち、反応混合物を約82℃に沸騰加熱する。照射を7時間継続し、その際反応が激しすぎないように、水浴中でフラスコを時々冷却するように留意する。次いで紫外線を取り除き、反応混合物に水蒸気を導入してイソプロパノールを留去する。次いで反応混合物を水で希釈し、生成したポリアクリル酸を50%苛性ソーダ水溶液を用いてpH8.3まで中和する。ナトリウムポリアクリレートの水溶液の固形物含量は47%である。ナトリウムポリアクリレートは325のK値を有する。

#### 実施例4

実施例1と同様に操作し、ただし65%イソプロパノール水溶液の代わりに、二級ブタノールと水の混合物（二級ブタノールの含量85%）を使用する。固形物含量が45%で重合体のK値が28.2のナトリウムポリアクリレート水溶液が得られる。

#### 比較例1（欧州特許2771例1と同様）

攪拌器及び加熱用外套ならびに秤量供給及び蒸留の装置を備えた内容15ℓの耐圧容器に、58%イソプロパノール水溶液1600g及び50%過酸化水素溶液96gを装入し、容器を閉鎖して内部の混合物を130℃に加熱する。圧力は4バールである。温度が130℃に達したのち、アクリル酸5000g及び58%イソプロパノール水溶液3700gの混合物を6時間かけて、そして秤量供給装置を用いて50%過酸化水素溶液200gを8時間かけて供給する。過酸化水素の添加終了後、反応混合物を130℃の温度に2時間保持する。次いで100℃に冷却し、水蒸気を導入してイソプロパノールを留去する。水及び苛性ソーダ水溶液の添加により、実用できるpH8.5のナトリウムポリアクリレート溶液が得られる。この溶液はナトリウムポリアクリレート45%を含有し、重合体のK値は19.6である。

#### 比較例2（米国特許3787488による）

攪拌器及び加熱用外套ならびに秤量供給装置を備えた内容6ℓの耐圧容器に、完全脱塩水1040g及びアクリル酸50gを装入し、混合物を弱い窒素気流中で80℃に加熱する。2種の流入液を調製し、その第一液はアクリル酸2000g、2-メルカプトエタノール205g及び水250gから成り、第二液は水300g中の過硫酸アンモニウム60gの溶液から成る。両流入液を別個に4時間かけて反応器内容初に添加する。重合はこの時間内に80℃で行われ、単量体及び開始剤の添加の終了後、さらに100℃の温度で1.5時間後重合させる。次いで60℃に冷却し、50%苛性ソーダ水溶液1350gを用いて中和する。得られたナトリウムポリアクリレートのK値は18である。

#### 応用例

実施例1～4及び比較例1～2により製造された重合体の有効性を調べるため、その粉砕助剤としての適合性を試験した。

## 試験方法：

炭酸カルシウム300g、水100g及び供試粉碎助剤（それぞれ前記のナトリウムポリアクリレートを使用し、その量の指示は重合体溶液の固形物含量である）1.5gを、ボール量が顔料泥状物の全量に対し170重量%であるボールミル（例えばネツチユミルPE5）により2000rpmで60分間粉碎する。次いで粉碎助剤0.3gを混合物に添加し、混合物をさらに30分間粉碎する。次いで水28gを添加し、得られた出来上りの顔料泥状物をボールと分別する。

得られた70%顔料泥状物の粘度及び顔料の粒子大きさを測定する。粒子大きさは、常法により2 $\mu$ m以下のものと1 $\mu$ m以下のものを%で測定する（セディグラフ、ジョイスレーベル円板遠心分離）。粉碎助剤として実施例及び比較例により得られた重合体を使用した場合に測定された粒子径及び粘度を次表に示す。

## 顔料泥状物の特性

粉碎助剤	粒子径		粘度（ブルックフィールド による、100rpm/スピ ンドルN）(mPas)
	%<1 $\mu$ m	%<2 $\mu$ m	
実施例1	82.0	97.2	1800
" 2	82.3	94.5	2250
" 3	81.8	97.3	2300
" 4	82.2	95.0	2100
比較例1	82.0	94.5	4500
" 2	81.8	94.0	5700

顔料泥状物の粒子径が1 $\mu$ m以下82%及び2 $\mu$ m以下94～97%において、本発明により製造された生成物を使用すると、70%炭酸カルシウム泥状物の粘度はそれぞれ<sub>約</sub>2000mPas

であるが、比較例1及び2により得られた重合体を使用すると、顔料泥状物の粘度は4000mPas以上である。

比較例1の重合体を用いて得られた生成物の場合に、粉碎時間を顔料泥状物が約1800mPasの粘度を有する程度に短縮すると、品質の悪い（すなわち粒子のあい）顔料泥状物が得られる。1 $\mu$ m以下は74.5%で2 $\mu$ m以下は89.8%である。本発明により製造された生成物は粉碎助剤としてのほか、普通の紙塗液用顔料の普通の分散においても良好な効果を示す。したがってこれは顔料のための粉碎助剤ならびに分散剤として好適である。

出願人 バスフ・アクチエンゲゼルシャフト

代理人 井澤士 小林 正 雄



第 1 頁の続き

⑤Int.Cl.<sup>4</sup>

C 09 C 3/10

識別記号

P B Z

庁内整理番号

7102-4J

⑦発 明 者	ハンス・ウエルナー・	ドイツ連邦共和国6700ルードウィツヒスハーフェン・ビュ
	ベツカー	ルガーマイスター・ホールラツヘル・シュトラッセ46
⑦発 明 者	ミハエル・ローマン	ドイツ連邦共和国6702バート・デュルクハイム・ハインリ
		ツヒーベルマン・シュトラッセ15